This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images, Please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

(19)日本国东	•#F/3* (J P)	(12) 公	開幣	手許	公	報	(A) (43)公	開日	 (11)特許出 特開200 (P2002 平成14年))2- -13	138022 8022A)	
(51) Int.Cl.'		識別語	時			F	I	•			-		± 1
A61K	7/06					Ä 6	1 K	7/06	•			₩ • •	
	7/075							7/075				4 C 0 8	3
	7/08	· ·						7/08			·		
	7/09							7/09					
	7/11							7/11		· .			
· .				審査	请求求	大蘭才	謝求	3月の数4	OL	(全 25)	頁)	最終頁に	≤萙<
(21)出廣番号		特膜2000-32	8478(P200	0-328478	3)	(71)	出願ノ	000147	213				
					ŀ.			株式会	社成利	叱成			
(22)出顧日	•	平成12年10月	27 🗄 (2000.	10. 27)						रोकिकमेगा ।	ITH	2番14号	
						(72)	発明者				• –		
								大阪府	東大臣	市市市町1	口目	2番14月	夶
					· [·			式会社					Ψ P
						(72)	発明者	安建(散				
								大阪府	東大阪	市布市町1	TE	2番14号	緈
								式会社」	成和化	成内		- ш	
					·	(72) 3	免明者						
										市布市町1	TÉ	2番14号	柣
								式会社员					**

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 毛髪化粧料および毛髪処理法

(57)【要約】

【課題】 毛髪に艶、潤い、はりを付与し、枝毛を防止 し、毛髪表面をなめらかにして滑りや横通り性を改善 し、毛髪からの水分の揮散を抑えて毛髪の水分保持性を 向上させる毛髪化粧料および毛髪の処理方法を提供す る.

【解決手段】 ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上 有するシリル化ペプチドの1種以上と加水分解によって ケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化 合物の1種以上とを組成物比で5:1~1:1の範囲内 で水溶液中で縮合させて得られるシリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合体組成物を含有させて毛髪化粧料を構 成し、その毛髪化粧料を毛髪に塗布後加熱処理する。加 熱温度は50℃~200℃が好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上 有するシリル化ペプチドの1種以上と加水分解によって ケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化 合物の1種以上とを組成比で5:1~1:1の範囲内で 水溶液中で縮合させて得られるシリル化ペプチドーシラ ン化合物共重合組成物を含有することを特徴とする毛髪 化粧料。

【請求項2】 シリル化ペプチドーシラン化合物共重合 組成物の含有量が0.05~30重量%である請求項1 に記載の手髪化粧料。

【請求項3】 ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上 有するシリル化ペプチドの1種以上と加水分解によって ケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化 合物の1種以上とを組成比で5:1~1:1の範囲内で 水溶液中で縮合させて得られるシリル化ペプチドーシラ ン化合物共重合組成物を含有する毛髪化粧料を毛髪に塗 付し、加熱して整髪することを特徴とする毛髪処理法。 【請求項4】 加熱温度が50℃~200℃である請求

項3に記載の毛髪処理法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、毛髪化粧料および 毛髪処理法に関し、さらに詳しくは、毛髪に艶、潤い、 はりを付与し、枝毛を防止し、毛髪表面をなめらかにし て滑りや櫛通り性を改善し、毛髪からの水分の押散を抑 えて毛髪の水分保持能を向上させる毛髪化粧料およびそ の化粧料を使用した毛髪処理法に関する。

[0002]

【従来の技術】従来より、シャンプー、ヘアリンス、ヘ アコンディショナー、ヘアトリートメント剤、ヘアクリ ーム、パーマネントウェーブ用剤、染毛剤、整髪料など の毛髪化粧料に、蛋白質加水分解物(加水分解ペプチ ド)とシリコーンオイルとを併用して配合することが行 われてきた。これは、シリコーンオイルの有する優れた 伸展性、毛髪への艶・光沢の付与作用、毛髪への焼水性 の付与による保護作用などと、加水分解ペプチドが有す る毛髪への収着作用、造膜による保護作用や保湿作用な どを発揮させようとするためであった。

【0003】しかしながら、シリコーンオイルは、本 来、親油性物質であり、加水分解ペプチドは、本来、親 水性物質であるため、これらは相溶しにくく、水溶性の 毛髪化粧料にシリコーンオイルを配合する際には、乳化 剤によってシリコーンオイルが分離しないようにする必 要があった。また、毛髪の処理時に、先にシリコーンオ イルと接触した部分には加水分解ペプチドが付着しにく く、その逆に、先に加水分解ペプチドが接触した部分に はシリコーンオイルが付着しにくく、両者の特性を充分 に発揮させることができないという問題があった。

【0004】そのため、本発明者らは、アミノ酸側鎖の

アミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ 一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチドを開発 し、それを毛髪化粧料に配合することで、上記の問題を 解決することを計ってきた(例えば、特開平8-813 38号公報、特開平8-81339号公報、特開平8-133934号公報、特開平8-157344号公報な ど).

【0005】しかしながら、上記公報中で使用されたシ リル化ペプチドはペプチド鎖に結合するシリル基が少な いため、加水分解ペプチドによる毛髪の保護作用や保湿 性の付与作用は発揮されるものの、提水性の付与、伸展 性やなめらかさの付与作用という点ではシリコーンオイ ルに劣るという問題があった。

【0006】また、加水分解ペプチドは毛髪に保湿性を 付与する作用は有するが、毛髪への収着量が多すぎると 毛髪にごわつき感を与えることがあるため毛髪化粧料へ の配合量が限られ、毛髪をヘアードライヤーなどで長時 間熱風乾燥したり、毛髪が極度な低湿度下に長時間曝さ れるなどの条件下では、毛髪に収着した加水分解ペプチ ドが乾燥し、さらに毛髪中の水分も失われ、その効果を 充分に発現することができないという問題もあった。

【0007】そこで、本発明者らは、このシリル化ペプ チドと加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基を 少なくとも2個生じるシラン化合物を水溶液中で縮重合 させたシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を 製造し(特開平11-286550号公報、特開200 0-007785号公報)、シリル化ペプチドの欠点で ある伸展性やなめらかさの付与作用の改善を計ってき た。

【0008】しかしながら、このシリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合組成物は伸展性やなめらかさの付与作 用には優れるが、水に難溶~不溶で透明化粧料には配合 しにくいという問題点があった。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記のよう な従来技術の問題点を解決し、毛髪に艶、潤い、はりを 付与し、枝毛を防止し、毛髪表面をなめらかにして滑り や櫛通り性を改善し、毛髪からの水分の揮散を抑えて毛 髪の水分保持能を向上させることができる毛髪化粧料お よびそれを用いた毛髪処理法を提供することを目的とす る。

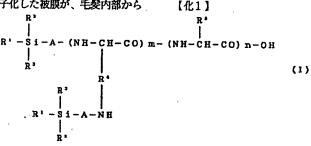
[0010]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題 を解決するため鋭意研究を重ねた結果、ケイ素原子に直 結する水酸基を2個以上有するシリル化ペプチドの1種 以上と加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 2個以上生じるシラン化合物の1種以上とを組成比で 5:1~1:1の範囲内で水溶液中で縮合させて得られ るシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は水溶 性を有し、それを毛髪化粧料に含有させるときには、毛 髪に艶、潤い、はりを付与し、枝毛を防止し、毛髪表面 をなめらかにして滑りや描通り性を改善する効果を有 し、しかも、その毛髪化粧料を毛髪に塗付後に毛髪を加 熱処理するときには、毛髪に艶、潤い、はりを付与し、 枝毛を防止し、毛髪表面をなめらかにして滑りや描通り 性を改善する効果が一層顕著に発現され、毛髪上に強固 な被腹が形成され、毛髪からの水分の揮散を抑えて毛髪 の水分保持能を向上させることができることを見出し、 本発明を完成するにいたった。

【0011】すなわち、上記シリル化ペプチドーシラン 化合物共重合組成物のペプチド部分の収着作用で毛髪に 収着し、毛髪を保護し、毛髪に艶や潤いを付与するが、 この毛髪を加熱することによってシリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合組成物のシリル基のケイ素原子に直結 する水酸基同士が結合し、シリル化ペプチドーシラン化 合物共重合組成物がさらに高分子化して、より強固でか つなめらかな被膜を毛髪上に形成し、毛髪に艷やはりを 付与し、毛髪の表面をなめらかにして滑りや横通り性を 改善し、枝毛の発生を防止する効果が一層発揮される。 また、毛髪上に形成されるシリル化ペプチドーシラン化 合物共重合組成物が高分子化した被膜が、毛髪内部から の水分の揮散を抑えて毛髪の水分保持能を向上させる。 【0012】

【発明の実施の形態】本発明の毛髪化粧料は、シリル化 ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有するもので あればその形態に係わりなく各種のものを対象とするこ とができ、その具体例としては、例えば、シャンプー、 ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメン ト、ヘアクリーム、パーマネントウェーブ用剤、染毛 剤、染毛料、整髪料、毛髪セット剤などが挙げられる。 【0013】本発明の毛髪化粧料に含有するシリル化ペ プチドーシラン化合物共重合組成物は、ケイ素原子に直 結する水酸基を2個以上有するシリル化ペプチドの1種 以上と加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 2個以上生じるシラン化合物の1種以上とを組成比で 5:1~1:1の範囲内で水溶液中で縮合させて得られ るものであるが、ケイ素原子に直結する水酸基を2個以 上有するシリル化ペプチドとしては、その合成時からケ イ素原子に直結する2個以上の水酸基を有し、下記の一 股構造式(I)

[0014]



【0015】〔式中、R¹、R²、R³のうち少なくと も2個は水酸基で、残りは炭素数1~3のアルキル基を 示し、R⁴ は側鎖の末端にアミノ基を有する塩<u>基性</u>アミ ノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R⁵ はR ⁴ 以外のアミノ酸側鎖を示し、Aは結合手で-CH

 $2 - - (CH_2)_3 - および - (CH_2)_3 OCH_2$ CH (OH) CH $_2 -$ よりなる群から選ばれる少なくと も1種の基を表し、mは0~500、nは0~500、 m+nは1~500である(ただし、mおよびnはアミ ノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すもの ではない)〕で表される状態で得られるものと、下記の 一般構造式(II) 【0016】

【化2】 R'

【0017】〔式中、R⁶ ~R⁸ はそれぞれ水酸基、ア ルコキシ基、ハロゲン基、水素原子または炭素数1~3 のアルキル基を表し、R⁶ ~R⁸ は同一でもよく、それ ぞれ異なっていてもよいが、R⁶ ~R⁸ のうち少なくと も2個はアルコキシ基またはハロゲン基であり、R⁴、 R⁵、A、mおよびnは前記一般構造式(I)に同じで ある〕で表されるシラン化合物を加水分解して得られる ものとがあり、上記一般構造式(I)および一般構造式

(11)

(11)で表されるシリル化ペプチドは、特開平8-59
 424号公報、特開平8-67608号公報、特開平7-223921号公報、特開平7-228508号公報
 などに開示の方法で水溶液中で容易に合成できる。

【0018】上記一般構造式(I)および一般構造式 (II)で表されるシリル化ペプチドにおいて、R⁴ は側 鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミ ノ基を除く側鎖の残基であるが、上記のような側鎖の末 端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸としては、例え ば、リシン、アルギニン、ヒドロキシリシンなどが挙げ られる。また、R⁵ はR⁴ 以外のアミノ酸側鎖を示す が、そのようなアミノ酸としては、例えば、グルタミン 酸、アスパラギン酸、アラニン、セリン、トレオニン、 バリン、メチオニン、ロイシン、イソロイシン、チロシ ン、フェニルアラニン、プロリン、ヒドロキシプロリン などが挙げられる。

【0019】 一般構造式(I)および一般構造式(II) で表されるシリル化ペプチドにおいて、mは0~50 0、好ましくは0より大きく200以下($0 \le 20$ 0)、より好ましくは0より大きく50以下($0 \le 20$ 50)、さらに好ましくは0より大きく10以下($0 \le m \le 10$)であり、nは0~500、好ましくは0より 大きく200以下($0 \le 200$)、より好ましくは 1~100、さらに好ましくは2~40であり、m+n は1~500、好ましくは1~200、より好ましくは 2~100、さらに好ましくは3~50である。

【0020】すなわち、mが上記範囲より大きくなる と、側鎖のアミノ基に結合するシリル官能基が増え、ペ プチド本来の毛髪への収着作用が減少し、nが上記範囲 より大きくなると、ペプチド部分に対するシリル官能基 部分の割合が少なくなって、シリル官能基部分が有する 特性を充分に発揮することができなくなり、m+nが上 記範囲より大きくなると、ペプチドとしての毛髪への収 着性や浸透性が低分子量のペプチドに比べて減少する上 に、保存中に凝集しやすくなり、保存安定性が低下す る.なお、上記のm、nやm+nは、理論的には整数で あるが、ペプチド部分が後述するような加水分解ペプチ ドである場合は、該加水分解ペプチドが分子量の異なる ものの混合物として得られるため、測定値は平均値にな る.

【0021】上記一般構造式(I)および一般構造式 (11)で表されるシリル化ペプチドに使用されるペプチ ド類にはアミノ酸、ペプチドなどが含まれ、アミノ酸と しては、例えば、アラニン、グリシン、パリン、ロイシ ン、イソロイシン、プロリン、フェニルアラニン、チロ R¹⁰ p S i (OH) qY(4-q-p)

〔式中、pは0から2の整数で、gは2から4の整数、 p+g \leq 4で、R¹⁰は炭素原子がケイ素原子に直接結合 する有機基または水素原子であり、p個のR¹⁰は同じで もよく、異なっていてもよい。(4-g-p)個のYは シン、セリン、トレオニン、メチオニン、アルギニン、 ヒスチジン、リシン、アスパラギン、アスパラギン酸、 グルタミン、グルタミン酸、シスチン、システイン、シ ステイン酸、トリプトファン、ヒドロキシプロリン、ヒ ドロキシリシン、O-ホスホセリン、シトルリンなどが 挙げられる。

【0022】上記ペプチドとしては、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質(蛋白質)を酸、アルカリ、酵素またはそれらの併用で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどが挙げられる。

【0023】天然ペプチドとしては、例えば、グルタチ オン、バシトラシンA、インシュリン、グルカゴン、オ キシトシン、バソプレシンなどが挙げられ、合成ペプチ ドとしては、例えば、ボリグリシン、ポリリシン、ポリ グルタミン酸、ポリセリンなどが挙げられる。

【0024】加水分解ペプチドとしては、例えば、コラ ーゲン(その変成物であるゼラチンも含む)、ケラチ ン、絹フィブロイン(シルク)、セリシン、カゼイン、 コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄 タンパク(蛋白)、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦 タンパク、トウモロコシタンパク、米(米糠)タンパ ク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、 あるいは、サッカロミセス属、カンディダ属、エンドミ コプシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母 といわれる酵母菌より分離した酵母タンパク、キノコ類 (担子菌)より抽出したタンパク、クロレラより分離し たタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカ リ、酵素またはそれらの併用で部分的に加水分解して得 られるペプチドが挙げられる。

【0025】本発明の毛髪化粧料に含有するシリル化ペ プチドーシラン化合物共重合組成物は、上記一般構造式 (I)または一般構造式(II)で表されるシリル化ペプ チドの1種以上に、加水分解によってケイ素原子に直結 する水酸基が2個以上生じるシラン化合物の1種以上を 縮重合させて得られるが、このように加水分解によって ケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化 合物としては、例えば、下記の一般構造式(III) R[®]pSiX(4-p) (III)

(式中、pは0から2の整数で、R⁹ は炭素原子がケイ 素原子に直接結合する有機基または水素原子であり、p 個のR⁹ は同じでもよく、異なっていてもよい。(4p)個のXは水酸基、アルコキシ基およびハロゲン基よ りなる群から選ばれる少なくとも1種の基である〕で表 されるシラン化合物が挙げられ、このシラン化合物は加 水分解によって下記の一般構造式(IV)

· (IV)

アルコキシ基およびシロキシ基よりなる群から選ばれる 少なくとも1種の基である〕で表されるシラン化合物に なる.なお、上記一般構造式(III)および(IV)におけ るp、(4-p)、q、(4-q-p)は下付け文字で

ある。

【0026】このような一般構造式 (III)で表されるシ ラン化合物の具体例としては、例えば、テトラメトキシ シラン、メチルトリメトキシシラン、メチルジメトキシ シラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメト キシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ヘキシルト リメトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、ビニル トリメトキシシラン、3-メタクロキシプロピルトリメ トキシシラン、3-メタクロキシプロピルメチルジメト キシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプ ロビルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル) -3-アミノプロビルメチルジメトキシシラン、3-ア ミノプロビルトリメトキシシラン、N-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピ ルトリメトキシシラン、3-クロロプロビルメチルジメ トキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシ ラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 3-グリシドキシプロビルメチルジメトキシシラン、ジ メチルオクタデシル〔3-(トリメトキシシリル)プロ ビル) アンモニウムクロライド、3-(トリメトキシシ リル) プロピルポリオキシエチレン(10) エーテル、 テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メ チルジエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フ ェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラ ン、ビニルトリエトキシシラン、3-メタクロキシプロ ビルトリエトキシシラン、3-メタクロキシプロビルメ チルジエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3 -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(2-アミ ノエチル) - 3-アミノプロピルメチルジェトキシシラ ン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-クロ ロプロピルトリエトキシシラン、3-クロロプロピルメ チルジエトキシシラン、3ーグリシドキシプロピルメチ ルジエトキシシラン、3-イソシアネートプロピルトリ エトキシシラン、メチルジクロロシラン、メチルトリク ロロシラン、ジメチルジクロロシラン、フェニルトリク ロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、ビニルトリク ロロシラン、3-クロロプロビルメチルジクロロシラン など、および、N-(2-アミノエチル)-3-アミノ プロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチ ル) -3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3 -アミノプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロ ビルトリメトキシシラン、3-クロロプロビルメチルジ メトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシ シラン、3ーグリシドキシプロビルトリメトキシシラ ン、3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラ ン、3-メタクロキシプロビルトリエトキシシラン、3 -メタクロキシプロビルメチルジエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリエトキ シシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロ ビルメチルジエトキシシラン、3-アミノプロピルトリ

エトキシシラン、3-クロロプロビルトリエトキシシラ ン、3-クロロプロビルメチルジエトキシシラン、3-グリシドキシプロビルメチルジエトキシシラン、3-イ ソシアネートプロビルトリエトキシシランなどのシラン カップリング剤に、蛋白質、アルキル基、ポリオキシエ チレンエーテル、ポリオキシプロビレンエーテル、アク リル系ポリマー、ポリエステル、樹脂酸、染料、紫外線 吸収剤、防腐剤、抗菌剤、アルキルアンモニウム、芳香 環などを結合させたものなどが挙げられる。

【0027】つぎに、ケイ素原子に直結する水酸基を2 個以上有するシリル化ペプチドと、加水分解によってケ イ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化合 物との縮重合反応について説明するが、その説明にあた り、上記ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有する シリル化ペプチドとしては一般構造式(II)で表されるシリ ル化ペプチドを代表させて説明し、加水分解によってケ イ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化合 物としては一般構造式(III)で表されるシラン化合物を 代表させて説明する。

【0028】上記一般構造式(I)で表されるシリル化 ペプチドと一般構造式(II)で表されるシラン化合物と の反応は、例えば、まず、上記一般構造式(I)で表さ れるシリル化ペプチドの水溶液を塩酸や硫酸で酸性側に 調整するか、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム 水溶液で塩基性側に調整し、その中に一般構造式(III) で表されるシラン化合物を滴下することにより、上記シ ラン化合物のアルコキシ基やハロゲン基などが加水分解 してケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有する一般 構造式(IV)で表されるシラン化合物になり、その後、

中和することによって、一般構造式(I)で表されるシ リル化ペプチドの水酸基と一般構造式(IV)で表される シラン化合物の水酸基とが縮重合して共重合組成物が得 られる。上記のように、一般構造式(III)で表されるシ ラン化合物から一般構造式(IV)で表されるシラン化合 物への加水分解は、一般構造式(I)で表されるシリル 化ペプチドとの縮重合時に行われるので、上記一般構造 式(III)で表されるシラン化合物の加水分解を上記縮重 合系とは別の系で行う必要はない。

【0029】また、一般構造式(11)で表されるシリル 化ペプチドは、前記のように、加水分解によって一般構 造式(1)で表されるシリル化ペプチドになるものであ るが、反応に際しては、この一般構造式(11)で表され るシリル化ペプチドを用いる場合は、一般構造式(11) で表されるシリル化ペプチドの水溶液を塩酸や硫酸で酸 性側に調整するか、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カ リウム水溶液で塩基性側に調整すると、シリル基に結合 するアルコキシ基やハロゲン基が加水分解を起こして水 酸基になり、一般構造式(1)で表されるシリル化ペプ チドになるので、その後は上記と同様にその中に上記一 般構造式(111)で表されるシラン化合物を滴下すること により、上記一般構造式(111)で表されるシラン化合物 のアルコキシ基やハロゲン基などが加水分解して一般構 造式(1V)で表されるシラン化合物になり、その後、中 和することによって、シリル化ペプチドの水酸基と一般 構造式(1V)で表されるシラン化合物の水酸基とが縮重 合して共重合組成物が得られる。上記のように、一般構 造式(11)で表されるシリル化ペプチドを用いる場合

も、その加水分解は酸性側に調整するか、または塩基性 側に調整することによって行うことができるので、一般 構造式(II)で表されるシリル化ペプチドから一般構造 式(I)で表されるシリル化ペプチドへの加水分解も、 上記のシリル化ペプチドと一般構造式(III)で表される シラン化合物とを縮重合させるときの反応系と同じ系で 行うことができ、別の系で行う必要はない。

【0030】加水分解反応は、一般にpH2~3で良好 に進行するが、一般構造式(I)で表されるシリル化ペ プチドによっては酸性側で不溶物が生じやすいものがあ り、その際にはpH10~11で行うのが好ましい。一 般構造式(III)で表されるシラン化合物としてアルコキ シシラン化合物を用いるときはpH調整は該シラン化合 物の滴下前のみでよいが、一般構造式(III)で表される シラン化合物としてハロゲン化シラン化合物を用いて塩 基性側で反応する場合は反応中にpHが下がるので、水 酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などを添 加してpHを10~11に保つ必要がある。また、一般 構造式(III)で表されるシラン化合物としてアミノシラ ン化合物を用いて酸性側で反応する場合は反応中にpH が上がるので、希塩酸や希硫酸などを添加してpHを2 ~3に保つ必要がある。

【0031】反応温度は低すぎると反応が進行しにく く、高すぎると上記一般構造式(III)で表されるシリル 化合物のアルコキシ基やハロゲン基が急激に加水分解す るので、30~60℃が好ましい。また、反応時間は、 反応量によっても異なるが、上記一般構造式(III)で表 されるシラン化合物を30分~2時間かけて滴下し、そ の後1~6時間撹拌を続けるのが好ましい。

【0032】加水分解反応の終了時点では、反応溶液が 酸性または塩基性のため一般構造式(I)で表されるシ リル化ペプチドや一般構造式(II)で表されるシラン化 合物は解離しているので、反応溶液が酸性側の場合は水 酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などのア ルカリ水溶液を添加し、反応溶液が塩基性側の場合は希 塩酸や希硫酸などの酸水溶液を添加し攪拌して溶液を中 和する。この中和によって縮重合が進み目的とするシリ ル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物が得られる が、中和後の攪拌は2~20時間程度が好ましい。

【0033】本発明の毛髪化粧料に含有するシリル化ペ プチドーシラン化合物共重合組成物は上記のように製造 されるが、水酸基を2個以上有するシリル化ペプチドと 水酸基を2個以上生じるシラン化合物の反応に際して、 反応割合を組成比で、シリル化ペプチド:シラン化合物 =5:1~1:1の範囲内で反応させる。これは、シリ ル化ペプチドに対するシラン化合物の反応割合が組成比 で5:1以下では、シリル化ペプチドとシラン化合物の 縮重合が進みにくく、被膜形成能が低下するためであ り、逆にシラン化合物の反応割合が組成比で1:1以上 になると、生じるシリル化ペプチドーシラン化合物共重 合組成物の水溶性が乏しくなり、水溶性透明化粧料に配 合しにくくなるからである。

【0034】上記のようにして得られたシリル化ペプチ ドーシラン化合物共重合組成物はそのままで毛髪化粧料 に使用できるが、共重合組成物の末端のシリル基には水 酸基が残っているので、さらに加水分解によって水酸基 が1個生じるシラン化合物を付加させてもよい。

【0035】そのような加水分解によってケイ素原子に 直結する水酸基が1個生じるシラン化合物としては、例 えば、下記の一般構造式(V)

R¹¹3 SiZ (V)

(式中、3個のR¹¹は炭素原子がケイ素原子に直接結合 する有機基であり、3個のR¹¹は同じでもよく、異なっ ていてもよい。Zは水酸基、アルコキシ基、ハロゲン 基、カルボキシル基およびアミノ基よりなる群から選ば れる少なくとも1種の基である〕で表されるシラン化合 物が挙げられ、このシラン化合物は加水分解によって下 記の一般構造式(VI)

 R¹¹₃ S i (OH)
 (VI)

 〔式中、3個のR³ は炭素原子がケイ素原子に直接結合 する有機基であり、3個のR¹¹は同じでもよく、異なっ

ていてもよい)で表されるシラン化合物になる。 【0036】このような一般構造式(V)で表されるシ ラン化合物の具体例としては、例えば、ジメチルビニル クロロシラン、n-ブチルジメチルクロロシラン、te rt-ブチルジメチルクロロシラン、tert-ブチル ジフェニルクロロシラン、オクタデシルジメチルクロロ シラン、メチルジフェニルクロロシラン、トリ-n-ブ チルクロロシラン、トリエチルクロロシラン、トリメチ ルクロロシラン、トリエチルクロロシラン、トリメチ ルクロロシラン、トリーn-プロピルクロロシラン、ト リフェニルクロロシラン、トリメチルシリルアイオダイ ド、ジメチルエトキシシラン、ジメチルビニルエトキシ シラン、ジメチルビニルメトキシシラン、トリメチルエ トキシシラン、トリメチルメトキシシラン、トリフェニ ルエトキシシランなどが挙げられる。

【0037】また、このほかにも、ヘキサメチルジシラ ザンやヘキサメチルジシロキサンのようなケイ素原子を 2個有するシリル化合物も、加水分解によってケイ素原 子に直結する水酸基が1個生じるので使用することがで きる。

【0038】このようなシラン化合物は一般構造式 (V)から明らかなように、ケイ索原子に直結する反応 基が一つであるため、それを加水分解して得られる一般 構造式(VI)で表されるシラン化合物は、シリル化ペプ チドーシラン化合物共重合組成物中に存在する水酸基と 反応して、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成 物中の水酸基を減少させ、シリル化ペプチドーシラン化 合物共重合組成物が保存中に縮重合するのを防止する。 すなわち、この一般構造式(V)で表されるシラン化合 物を加水分解して得られる一般構造式(VI)で表される シラン化合物を反応させることによって、保存安定性の よいシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物にす ることができる。また、上記一般構造式(I)で表され るシリル化ペプチドと上記一般構造式 (111)で表される シラン化合物との反応において、溶液を中和して縮重合 反応させる工程中に上記一般構造式(V)で表されるシ ラン化合物を反応させると、シリル化ペプチドーシラン 化合物共重合組成物の分子量をコントロールすることが できる。

【0039】シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組 成物と一般構造式(V)で表されるシラン化合物との反 応は、例えば、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合 組成物の水溶液中に一般構造式(V)で表されるシラン 化合物を滴下することにより、シリル化ペプチドーシラ ン化合物共重合組成物の水酸基に一般構造式(VI)で表 されるシリル化合物の水酸基が結合する。

【0040】ただし、上記一般構造式(V)で表される シラン化合物においてZがハロゲン基のシラン化合物は 加水分解性がよいので、シリル化ペプチドーシラン化合 物共重合組成物水溶液中に上記一般構造式(V)で表さ れるシラン化合物を直接滴下することによって上記反応 は進行するが、上記一般構造式(V)で表されるシラン 化合物でZがアルコキシ基のものや、ヘキサメチルジシ ロキサンなどのケイ素原子が2個のシラン化合物では反 応性がやや低いため、シリル化ペプチドーシラン化合物 共重合組成物水溶液のPHを2~3に調整しておき、そ れらのシラン化合物を滴下する必要がある。

【0041】シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組 成物と上記一般構造式(V)で表されるシラン化合物と の反応温度は30~60℃が好ましい。また、反応時間 は、反応量によっても異なるが、一般構造式(V)で表 されるシラン化合物の滴下に30分~2時間、その後の 撹拌は1~6時程度が好ましい。

【0042】規拌終了後、反応溶液を水酸化ナトリウム 水溶液や水酸化カリウム水溶液などのアルカリ水溶液で 中和し、さらに2~10時間程度規拌を続けて反応を完 結させることによって、シリル化ペプチドーシラン化合 物共重合組成物が得られる。

【0043】前記の中和反応終了後、反応液はpHを調 整した後、液体のままあるいは粉末化して毛髪化粧料に 使用され、また、必要に応じて、イオン交換樹脂、透析 膜、電気透析、ゲル沪過、限外沪過などによって精製し た後、液体のままあるいは粉末化して使用に供される。 【0044】上記の反応によって得られるシリル化ペプ チドーシラン化合物共重合組成物は、次の組成式、 $(R^{12}R^{13}R^{14}SiO_{1/2})a (R^{15}R^{16}SiO)b$ $(R^{17}SiO_{3/2})c$ $(SiO_2)d$ $(R^{18}O_{1/2})e$ 〔式中R11~R17はケイ素原子に直接炭素原子が結合す る有機基であり、R¹⁶~R¹⁷のうち少なくとも一つは結 合手A(結合手Aは-CH2-、-(CH2)3-、- $(CH_2)_3 OCH_2 CH (OH) CH_2 - (CH)$ $_2$) $_3$ S- $_{-}$ (CH $_2$) $_3$ NH- $_{+}$ scale (CH $_2$) 3 OCOCH2 CH2 ーなどの基を示す)を介してペプ チドを結合するシリル化ペプチドからシリル官能基部分 を除いた残基で、残りは水素原子、炭素数1~18のア ルキル基、フェニル基または結合手C(結合手Cは結合 手Aに同じ)を介してシリル官能基に結合し得る化合物 のシリル官能基部分を除いた残基を表し、それぞれ異な っていてもよく、また同じでもよく、R¹⁸は水素原子ま たは低級アルキル基を表す。a、b、c、d、eはそれ ぞれ0以上の整数で、2≤b+c+dでかつa+e≤c +2d+2を満たす数を示す〕で表される。

【0045】本発明のシリル化ペプチドーシラン化合物 共重合組成物を含有する毛髪化粧料としては、上記のシ リル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有する ものであればいずれも対象となり、その形態を問わず、 シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は、単独 で用いても2種類以上を併用してもよい。そして、シリ ル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の毛髪化粧料 中での含有量としては、毛髪化粧料の種類によっても多 少異なるが、0.05~30重量%が好ましく、0.5 ~20重量%がより好ましい。

【0046】すなわち、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の含有量が上記範囲より少ない場合は、 毛髪上に付着するシリル化ペプチドーシラン化合物共重 合組成物の量が少ないため、毛髪に艷や潤いを付与したり、毛髪を保護したり、櫛通り性を改善する効果が充分 には得られないおそれがあり、逆に、シリル化ペプチド ーシラン化合物共重合組成物の含有量が上記範囲以上で は、毛髪がごわついたり、高湿度下では毛髪がべたつい たりするおそれがある。

【0047】また、本発明の毛髪処理法で使用する毛髪 化粧料としては、上記のシリル化ペプチドーシラン化合 物共重合組成物を含有するものであればいずれも対象と なり、その形態、シリル化ペプチドーシラン化合物共重 合組成物の種類やその含有量を問わない。しかし、シリ ル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の含有量が極 端に少ない毛髪化粧料の場合には、毛髪上に付着するシ リル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の量が少な いため、加熱処理によるシリル化ペプチドーシラン化合 物共重合組成物の高分子化があまり起こらず、従って、 毛髪に艷や潤いを付与したり、毛髪を保護したり、横通 り性を改善する効果が充分に発現しなくなるため、本発 明の効果を発現させるには、毛髪化粧料の毛髪への塗付 回数を増やす必要があり、毛髪の処理が煩雑になりかつ 時間を要するようになる。また、逆にシリル化ペプチド ーシラン化合物共重合組成物の含有量が極端に多い毛髪 化粧料の場合は、加熱重合によるシリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合組成物の高分子化が進みすぎて毛髪が ごわつき、整髪性が悪くなるおそれがある。

【0048】そのため、本発明の毛髪処理法に使用する 毛髪化粧料中のシリル化ペプチドーシラン化合物共重合 組成物の含有量としては、毛髪化粧料の種類によっても 多少異なるが、0.05~30重量%が好ましく、0. 5~20重量%がより好ましい。そして、シリル化ペプ チドーシラン化合物共重合組成物を含有する毛髪化粧料 中のシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は、 単独で用いられたものであってもよいし、また、2種類 以上併用されたものであってもよい。

【0049】本発明の毛髪化粧料は、従来の各種毛髪化 粧料に上記のケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有 するシリル化ペプチドの1種以上と加水分解によってケ イ 索原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化合 物の1種以上とを組成比で5:1~1:1の範囲内で縮 合させて得られるシリル化ペプチドーシラン化合物共重 合組成物を含有させることによって構成されるが、本発 明の効果を損なわない範囲で、アニオン性界面活性剤、 ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界 面活性剤、カチオン性ポリマー、両性ポリマー、アニオ ン性ポリマー、増粘剤、動植物抽出物、ポリサッカライ ドまたはその誘導体、動植物および微生物由来の蛋白質 の加水分解ペプチドやその誘導体、湿潤剤、低級アルコ ール類、高級アルコール類、アミノ酸、油脂類、シリコ ーンオイル類、各種染料や顔料、防腐剤、香料などを添 加することができる。

【0050】また、本発明の毛髪処理法は、上記のよう なシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有 する毛髪化粧料を毛髪に塗布し、シャンプー、ヘアリン ス、パーマネントウェーブ用剤、染毛剤などの毛髪への 使用後に洗い流すタイプの毛髪化粧料では洗い流した後 (ただし、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成 物は、そのペプチド部分の毛髪への収着作用により、毛 髪に収着して毛髪上に留まっている)、また、ヘアトリ ートメント剤、ヘアクリーム、整髪料、毛髪セット剤な どの洗い流さないタイプの毛髪化粧料では毛髪に使用後 に、ヘアードライヤー、毛髪用加熱こて、毛髪加熱用ヒ ーターなどの加熱器具によって毛髪を加熱することによ って行われるが、それらの毛髪用加熱器具は、家庭用、 ヘアサロンなどでの業務用などの機種、形態を問わな い。

【0051】毛髪の加熱処理温度は50℃~200℃が 好ましく、60℃~180℃がより好ましい。これは、 毛髪の加熱処理温度が上記範囲より低い場合は、シリル 化ペプチドーシラン化合物共重合組成物が充分に重合せ ず、従って、毛髪上に強固な被膜が形成されず、毛髪に 艶、潤い、はりを付与したり、枝毛を防止して毛髪の櫛 通り性を改善する効果が充分に発揮されないおそれがあ り、また、毛髪の加熱処理温度が上記範囲より高い場合 は、毛髪が加熱によって損傷を受けるおそれがあること に基づいている。

[0052]

【発明の効果】本発明の毛髪化粧料は、ケイ素原子に直 結する水酸基を2個以上有するシリル化ペプチドの1種 以上と加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 2個以上生じるシラン化合物の1種以上とを組成比で

5:1~1:1の範囲内で縮合させて得られるシリル化 ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有し、毛髪に 證、潤い、はりを付与し、枝毛を防止し、毛髪表面をな めらかにして滑りや描通り性を改善する。そして、本発 明の毛髪化粧料を毛髪に塗付後に毛髪を50℃~200 ℃で加熱するときには、シリル化ペプチドーシラン化合 物共重合組成物のシリル基のケイ素原子に直結する水酸 基同士が結合し、シリル化ペプチドーシラン化合物共重 合組成物が高分子化して、毛髪に塾、潤い、はりを付与 し、枝毛を防止し、毛髪表面をなめらかにして滑りや描 通り性を改善する効果が一層顕著に発現され、毛髪上に 強固な被膜が形成され、毛髪からの水分の揮散を抑えて 毛髪の水分保持能を向上させることができる。

[0053]

【実施例】つぎに、実施例を挙げて本発明をより具体的 に説明する。ただし、本発明はそれらの実施例のみに限 定されるものではない。なお、実施例の説明に先立ち、 実施例で使用するシリル化ペプチドーシラン化合物共重 合組成物の製造例を参考例として記す。また、実施例中 で行う毛髪のはりの評価、毛髪表面のなめらかさの評 価、毛髪の水分保持能の測定、毛髪セット剤やパーマネ ントウェーブ用剤の毛髪のウェーブ効率やウェーブ保持 率の測定などの方法について説明する。

【0054】参考例1

シリル化加水分解コラーゲンとメチルトリエトキシシラ ンおよびテトラエトキシシランの加水分解物との共重合 組成物(当量比=1:0.7:0.2当量)の製造

【0055】300m1のビーカーに、あらかじめシリ ル化加水分解コラーゲン(N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロボキシ]プロ ビル加水分解コラーゲン)(加水分解コラーゲンの数平 均分子量は約1500)の10%水溶液200gと18 %塩酸5.0gを入れておき、シリル化加水分解コラー ゲンに対して0.7当量のメチルトリエトキシシラン 【信越化学工業製KBE-13(商品名)]1.38g と0.2当量のテトラエトキシシラン[信越化学工業製 KBE-04(商品名)]0.46gを加えた後、マグ

ネチックスターラーで55℃で3時間攪拌した。つぎ に、攪拌しながら20%水酸化ナトリウム水溶液4.8 gを滴下してpHを6.5に調整し、さらに、55℃で 16時間攪拌を続けた。反応終了後、反応液を沪過して 不溶物を除いた後、水を加えて固形分濃度が10%にな るように調整し、ついで、80°Cで1時間加熱滅菌後除 菌沪過を行い、シリル化加水分解コラーゲン-シラン化 合物共重合組成物を205.5g得た。

【0056】得られた共重合組成物および原料のシリル 化加水分解コラーゲンを下記の条件でゲル沪過分析を行 ったところ、原料のシリル化加水分解コラーゲンのゲル 沪過分子量約20000のビークが減少し、ゲル沪過分 子量約85000付近に大きなビークが認められ、シリ ル化加水分解コラーゲンとシラン化合物が共重合してい ることが確認された。

[0057]

〔ゲル沪過分析条件〕 分析カラム:東ソー(株)製 TSKgel G3000SW(7.5mmI $D \times 30 \, \text{cm}$) 溶離液 :0.1Mリン酸緩衝液 (pH6.8)+0.3MNaC1水溶液 溶出速度 :0.9ml/min 検出器 : UV検出器、280nm 標準試料 : アーグロブリン (MW155,000) 牛血清アルブミン (MW 67,000)

オボアルブミン (MW 45,000) チトクロームC (MW 12,000)

(MW)

アプロチニン

【0058】また、得られた共重合組成物およびその原 料であるシリル化加水分解コラーゲンをそれぞれFT-IRで分析して比較したところ、共重合組成物では12 50 cm⁻¹付近のSi-CH₃に起因すると思われるビ ーク増強され、また、Si-Oに起因すると考えられる 1100cm⁻¹付近のピークが検出され、共重合組成物 がSi-O-Si結合を有していることが確認された。 【0059】参考例2

シリル化加水分解小麦タンパクとメチルトリエトキシシ ランの加水分解物との共重合組成物(当量比=1:0. 2)の製造

【0060】300m1のビーカーに、あらかじめシリ ル化加水分解小麦タンパク(N-〔2-ヒドロキシ-3 - (3'-トリヒドロキシシリル) プロボキシ) プロビ ル加水分解小麦タンパク) (加水分解小麦タンパクの数 平均分子量は約750)の20%水溶液100gと18 %塩酸10gを入れておき、シリル化加水分解小麦タン パクに対して0.2当量のメチルトリエトキシシラン 〔信越化学工業製KBE-13(商品名)〕0.75g を加えた後、マグネチックスターラーで55℃で2時間 **撹拌した。つぎに、撹拌しながら20%水酸化ナトリウ** ム水溶液9.8gを滴下してpHを6.5に調整し、さ らに、55℃で16時間攪拌を続けた。反応終了後、反 応液を沪過して不溶物を除いた後、水を加えて固形分濃 度が20%になるように調整し、ついで、80℃で1時 間加熱滅菌後除菌沪過を行い、シリル化ペプチドーシラ ン化合物共重合組成物を102.5g得た。

【0061】得られた共重合組成物および原料のシリル 化加水分解小麦タンパクを上記参考例1と同じ条件でゲ ル沪過分析を行ったところ、得られた共重合組成物で

6,500) は、原料のシリル化加水分解小麦タンパクのゲル沪過分 子量約11000のピークが減少し、ゲル沪過分子量約 60000付近に別なビークが認められ、シリル化加水 分解小麦タンパクとシラン化合物が共重合していること が確認された。

【0062】また、得られた共重合組成物およびその原 料であるシリル化加水分解小麦タンパクをそれぞれFT - I Rで分析して比較したところ、共重合組成物では1 250 cm⁻¹付近のSi-CH₃に起因すると思われる ビーが増強され、また、Si-Oに起因すると考えられ る1100 cm⁻¹付近のビークが検出され、共重合組成 物がSi-〇-Si結合を有していることが確認され た。

【0063】参考例3

シリル化加水分解ケラチンとジメチルジエトキシシラン およびテトラエトキシシランの加水分解物との共重合組 <u>成物(当量比=1:0.3:0.2)の製造</u>

【0064】300m1のビーカーに、あらかじめシリ ル化加水分解ケラチン(N-〔2-ヒドロキシ-3-(3' -メチルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロ ビル加水分解ケラチン)(加水分解ケラチンの数平均分 子量は約1000)の78.0gと精製水122.0g および18%塩酸10.3gを入れておき、シリル化加 水分解ケラチンに対して0.3当量のジメチルジエトキ シシラン (信越化学工業製KBE-22(商品名)) 1.64gと0.2当量のテトラエトキシシラン[信載] 化学工業製KBE-04(商品名)]1.56gを加え た後、マグネチックスターラーで60℃で2時間攪拌し た。つぎに、攪拌しながら20%水酸化ナトリウム水溶 液10.0gを滴下してpHを6.5に調整し、さら

に、60℃で16時間攪拌を続けた。反応終了後、反応 液を透析用セロファンチューブに入れ、水道水流水中で 12時間透析を行って脱塩した。脱塩処理液を減圧濃縮 し、沪過により不溶物を除いた後、水を加えて固形分濃 度が20%になるように調整し、ついで、80℃で1時 間加熱減菌後除菌沪過を行い、シリル化ペプチドーシラ ン化合物共重合組成物を61.5g得た。

【0065】得られた共重合組成物および原料のシリル 化加水分解ケラチンを上記参考例1と同じ条件でゲル沪 過分析を行ったところ、得られた共重合組成物では、原 料のシリル化加水分解ケラチンのゲル沪過分子量約12 000のビークが減少し、ゲル沪過分子量約52000 付近に別なビークが認められ、シリル化加水分解ケラチ ンとシラン化合物が共重合していることが確認された。 【0066】また、得られた共重合組成物およびその原

料であるシリル化加水分解ケラチンをそれぞれFT-I Rで分析して比較したところ、共重合組成物では125 Ocm⁻¹付近のSi-CH₃に起因すると思われるビー クが増強され、また、Si-Oに起因すると考えられる 1100cm⁻¹付近のビークが検出され、共重合組成物 がSi-O-Si結合を有していることが確認された。 【0067】参考例4

シリル化加水分解シルクとメチルトリエトキシシランお よびテトラエトキシシランの加水分解物との共重合組成 物(当量比=1:0.6:0.2)の製造

【0068】300m1のビーカーに、あらかじめシリ ル化加水分解シルク(N-〔2-ヒドロキシ-3-

(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロボキシ)プロ ビル加水分解シルク)(加水分解シルクの数平均分子量 は約350)の20%水溶液200gと18%塩酸1 8.4gを入れておき、シリル化加水分解シルクに対し

て0.6当量のメチルトリエトキシシラン〔信越化学工 業製KBE-13(商品名)〕7.65gと0.2当量 のテトラエトキシシラン〔信越化学工業製KBE-04 (商品名)〕3.0gを加えた後、マグネチックスター ラーで60℃で3時間攪拌した。つぎに、攪拌しながら 20%水酸化ナトリウム水溶液18.0gを滴下してp Hを6.5に調整し、さらに、60℃で16時間攪拌を 続けた。反応終了後、反応液を透析用セロファンチュー ブに入れ、水道水流水中で12時間透析を行って脱塩し た。脱塩処理液を減圧濃縮し、沪過により不溶物を除い た後、水を加えて固形分濃度が20%になるように調整 し、ついで、80℃で1時間加熱減菌後除菌沪過を行 い、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を1 14.8g得た。

【0069】得られた共重合組成物および原料のシリル 化加水分解シルクを上記参考例1と同じ条件でゲル沪過 分析を行ったところ、得られた共重合組成物では、原料 のシリル化加水分解シルクのゲル沪過分子量約1000 0のビークが減少し、ゲル沪過分子量約48000付近 に別なビークが認められ、シリル化加水分解シルクとシ ラン化合物が共重合していることが確認された。 【0070】また、得られた共重合組成物およびその原 料であるシリル化加水分解シルクをそれぞれFT-IR で分析して比較したところ、共重合組成物では1250 cm⁻¹付近のSi-CH₃に起因すると思われるビーク が増強され、また、Si-Oに起因すると考えられる1 100 cm⁻¹付近のビークが検出され、共重合組成物が Si-O-Si詰合を有していることが確認された。

【0071】(毛髪のはりの評価法)一定の長さの毛髪 のほぼ中央部位(実施例中では15cmの毛髪の中央部 位)に図1のように軽く結び目(ノット)を作り、毛根 側を上にし、毛先側に10gの錘をつけて室温で相対温 度58%の恒湿槽中に1分間吊す。その後、毛先側の錘 を外し、さらに1時間上記恒湿槽中に吊した後、毛髪上 に作製したノットを走査型電子顕微鏡で撮影し、その撮 影画像をもとに毛髪のノットの大きさ(長径)を画像処 理装置で測定する(走査型電子顕微鏡には日本電子

(株)製、JSM-5800LVを用い、画像処理は同 社製、SemAfore(商品名)を使用した〕.一試 料につき14本の毛髪のノットの大きさを測定し、測定 結果の最も大きいものから2つと最も小さいものから2 つの4試料について結果を除外し、試料ごとに10本の 毛髪の結果について平均値を求め、その平均値で評価結 果を示す。なお、評価結果の示す数値の大きい(ノット が大きい)ほど、毛髪に「はり」があることを意味す る。

【0072】〔毛髪表面のなめらかさ(滑り性能)の評価法〕毛髪表面のなめらかさは、カトーテック(株)製の摩擦感テスターKES-SEを用いて測定したが、この装置においては、なめらかさ(あるいは、ざらつき) は、毛髪表面の一定距離を移動する摩擦子が感じる摩擦 係数の平均偏差値で表され、単位は無次元であり、値が小さいほど「なめらかである」、すなわち「滑り性がよい」ことを示している。試験では、各試料の毛髪表面を 摩擦子が2cm移動したときの摩擦係数の平均偏差値で 試験結果を表していて、その試験結果を示す数値は各試 料10回ずつの測定値の平均値である。

【0073】〔毛髪の水分保持能の試験法〕各毛髪化粧 料で処理した毛束を、相対温度80%の恒湿槽に2時間 吊して保存した後精秤し、精秤後の毛束を相対温度20 %の恒湿槽に移して48時間吊して保存する。保存後の 毛束を再度精秤し、保存前後の重量の差から<u>重量</u>の減少 率を求める。減少率が小さいものほど毛髪に「水分保持 能」があることを意味する。

【0074】〔ウェーブ効率およびウェーブ保持率の測 定法〕実施例中で述べる一定の本数の毛髪を一束とし、 その毛根側を揃えてテープで固定し、長さを15cmに 揃える。ロッドには直径10mmで長さ80mmのガラ ス管を使用し、あらかじめ10mmごとに印をつけてお



く(反対側にも5mmずつずらして印をつける)。そし て、その印の上を通るように毛束をロッドに巻き付け、 両端を輪ゴムで固定する。その毛束を下記の実施例中で 述べる方法で処理し、乾燥した後、毛先側の輪ゴムをは ずし、デシケータ内でロッドを水平に宙吊り状態にして 12時間乾燥する。乾燥後、毛束をロッドからはずし、 ウェーブの波長および波数を測定し、ついで、毛先側に 3gの錘を付け、毛束を垂直状態にしてデシケータ中で 12時間放置する。つぎに、錘を毛束からはずし、毛束 を垂直にしてデシケータ中で24時間放置し、再度ウェ ーブの波長および波数を測定する。

【0075】波長、波数の測定は、図2に示すように、 両端のウェーブを除き、一方の端部から2番目の波の頂 点から他方の端部から2番目の波の頂点までの距離を左 右とも測定する。左右の波の頂点から頂点までの距離を それぞれ L_1 、 L_2 とし、 L_1 と L_2 の間にある波の数 をそれぞれ n_1 、 n_2 とし、平均波長(L)を下記の式 によって求める。

ウェーブ保持率(%)=

[0076]

(1))02-138022 (P2002-1358)

平均波長(L)=

$$n_1 + n_2$$

10

+ L.

【0077】ロッドそのものの波長(直径)は10mm であるから、ウェーブ効率は次式により求められる。 【0078】

【0079】また、セット処理後のウェーブ効率と、錘をはずして24時間放置してウェーブが回復した後のウ ェーブ効率の比から、次式に示すように、ウェーブ保持 率が求められる。 【0080】

ウェーブ処理後のウェーブ効率

【0081】実施例1~2および比較例1~2 表1に示す組成の2種類のヘアクリーム(AおよびB) を調製し、それぞれのヘアクリームを毛髪に塗付後、ヘ アドライヤーで乾燥して毛髪の艶、潤い、櫛通り性およ び表面のなめらかさを調べた。なお、実施例や比較例中 における各成分の配合量はいずれも重量部によるもので あり、配合量が固形分量でないものについては、成分名 のあとに括弧書きで固形分濃度を示すが、これは以下の 実施例や比較例でも同じである。また、溶液または分散 液の濃度を示す%は重量%であり、これも以下の実施例 や比較例において同様である。

【0082】実施例1~2では、シリル化ペプチドーシ

ラン化合物共重合組成物として、参考例1で製造したシ リル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共重合組成物 を含有するヘアクリームAを毛髪に使用し、実施例1で は毛髪を加熱処理し、実施例2では毛髪を加熱処理しな かった。また、比較例1~2では、シリル化加水分解コ ラーゲンーシラン化合物共重合組成物に代えて、その原 料であるシリル化加水分解コラーゲンを含有するヘアク リームBを毛髪に使用し、比較例1では毛髪を加熱処理 し、比較例2では毛髪を加熱処理しなかった。 【0083】

【表1】



(12))02-138022 (P2002-1358

ヘアクリーム	A	В
参考例1で製造したシリル化加水分解コラーゲン	10.0	-
ーシラン化合物共宜合組成物(10%)		
シリル化加水分解コラーゲン【成和化成社製、プ	-	10.0
ロモイスW-52SIG(肖品名))(10%)		
セトステプリルグルコシド・セトステアリルアル	3.0	3.0
コール〔SEPPIC社製、モンタノブ8B(資		ł
品名))		
ポリアクリルアミド・ポリオキシエチレンラウリ	0.8	0.8
ルエーテル・軽賞演動イソパラフィン混合物(S		
EPPIC社製、セピゲル305(商品名))	1	
ステアリン酸ヘキシルデシル	8.0	8.0
ミリスチン酸イソプロピル	2.0	2.0
メチルポリシロキサン〔信篇化学(株)観、シリ	0.5	0.5
コンKF96.350cs(商品名))		
パラオキシ安息香酸メチル	0.3	0.3
ポリオキシエチレン(25)セチルエーテル	0.7	0.7
トリエタノールアミン	0.1	0.1
減菌イオン交換水	#100E	計100と
	tõ	1 8 .

【0084】上記へアクリームによる毛髪の処理は下記 のように行った。すなわち、長さ15cmで重さ1gの 毛束を4本用意し、それらの毛束を2%ポリオキシエチ レン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗 浄し、水道水の流水中でゆすいだ後、この毛束に対し て、上記実施例1~2用のヘアクリームAおよび比較例 1~2用のヘアクリームBをそれぞれ0.5g用いてよ くのばしながら塗り付けた。実施例1と比較例1の毛束 は1000Wの市販のヘアドライヤーで10cm離れた ところから熱風を当てて乾燥し、実施例2と比較例2の 毛束は同じヘアドライヤーで冷風乾燥した。なお、熱風 乾燥での毛束の位置での温度は、乾燥開始30秒後に6

5℃であって、毛束の乾燥終了時(乾燥開始より2分 後)は72℃であった。

【0085】乾燥後の毛髪の艶、潤いおよび櫛通り性を 10人のパネラー(女性6人、男性4人)に、最も良い ものを〔3点〕とし、2番目に良いものを〔2点〕、3 番目に良いものを〔1点〕、悪いものを〔0点〕とし て、評価させた。つぎに、各毛束を毛髪表面のなめらか さの評価試験に供して滑り性を測定した。それらの結果 を表2に示すが、評価値はいずれも平均値である。 [0086] 【表2】

(13))02-138022 (P2002-1358

	実業例1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
ヘアクリーム	A	A	В	B
加熱処理	25 D	なし	あり	なし
処理後の毛髪の				
Å	3.0	1.6	1.4	0.0
調い	2.5	2.0	1.0	0.5
樽通り住	2.8	1.8	1,4	0.0
毛製波画の	0.311	0.333	0.331	0.355
なめらかさ				

【0087】表2に示すように、シリル化加水分解コラ ーゲンーシラン化合物共重合組成物を含有するヘアクリ ームAを使用した実施例1~2の毛髪は、シリル化加水 分解コラーゲンーシラン化合物共重合組成物に代えてシ リル化加水分解コラーゲンを含有するヘアクリームBを 使用した比較例1~2の毛髪に比べて、毛髪の艶、潤 い、横通り性のいずれにおいても評価値が高く、特に加 熱処理を行った実施例1では、その効果が一層発現して いた。この結果より、シリル化加水分解コラーゲンーシ ラン化合物共重合組成物は、シリル化加水分解コラーゲ ンーシラン化合物共重合組成物の原料であるシリル化加 水分解コラーゲンより毛髪に艶、潤い、横通り性を付与 する効果が高く、さらに、加熱処理を行うとそれらの効 果が一層顕著に発現させることができることが明らかで あった。また、シリル化加水分解コラーゲンを配合した ヘアクリームBを使用して加熱乾燥した比較例1の手髪 も同じへアクリームBを使用して冷風乾燥した比較例2 の毛髪に比べると、毛髪の艶、潤い、櫛通り性が向上し ているが、実施例1の毛髪に比べるとその評価値は低か った。

【0088】また、毛髪表面のなめらかさは、シリル化 加水分解コラーゲン-シラン化合物共重合組成物を含有 するヘアクリームAを使用後に加熱乾燥した実施例1の 毛髪が最も良く、シリル化加水分解コラーゲン-シラン 化合物共重合組成物に代えてシリル化加水分解コラーゲ ンを含有するヘアクリームBを使用して加熱乾燥した比 較例1より約6%、同じヘアクリームBを使用して冷風 た。また、シリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物 共重合組成物を含有するヘアクリームAを使用後に冷風 乾燥した実施例2の毛髪では、毛髪表面のなめらかさ は、シリル化加水分解コラーゲンを含有するヘアクリー ムBを使用して加熱乾燥した比較例1と同程度であった が、同じヘアクリームBを使用して冷風乾燥した比較例 2に比べるとなめらかさは約6%優れていた。 【0089】実施例3~4および比較例3~4 表3に示す組成の2種類のヘアリンス(CおよびD)を 調製し、それぞれのヘアリンスを洗浄した毛髪に使用 後、ヘアドライヤーで熱風乾燥した毛髪とヘアドライヤ ーで冷風乾燥した毛髪の艶、潤い、毛髪のはりおよび毛

乾燥した比較例2より約12%なめらかさの値が高かっ

【0090】実施例3~4では、シリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合組成物として、参考例2で製造したシ リル化加水分解小麦タンパクーシラン化合物共重合組成 物を含有するヘアリンスCを毛髪に使用し、実施例3で は毛髪を加熱処理し、実施例4では毛髪を加熱処理しな かった。また、比較例3~4では、シリル化加水分解小 麦タンパクーシラン化合物共重合組成物に代えて、加水 分解小麦タンパクを含有するヘアリンスDを毛髪に使用 し、比較例3では毛髪を加熱処理し、比較例4では毛髪 を加熱処理しなかった。

[0091]

髪の水分保持能を調べた。

【表3】

(14))02-138022 (P2002-1358

ヘアリンス	C	D
参考例2で製造したシリル化加水分解小麦タンパ	15.0	-
クーシラン化合物共豊合組成物(20%)	1.	
加水分解小麦タンパク〔成和化成社製、プロモイ	-	12.0
スWG (商品名)] (2 6 %)		
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	1.5	1.5
セタノール	2.0	2.0
ポリオキシエチレンセチルエーテル	2.0	2.0
2ーオクチルドデカノール	1.0	1.0
プロピレングリコール	5.0	5.0
加水分解シルク〔成和化成社製、プロモイスシル	6.0	8.0
クー1000(商品名))(8%)		
パラオキシ安息香酸エステル・フェノキシェタノ	0.3	0.3
ール混合物(成和化成社製、セイセプトH(資品		
名)〕		
エデト酸ニナトリウム	0.5	0.5
各 封	治量 1	浅量
減菌イオン交換水	計100と	射100と
	t õ	t ð

【0092】上記へアリンスによる毛髪の処理は下記の ように行った。すなわち、長さ15cmで重さ1gの毛 束を4本用意し、それらの毛束を加水分解ペプチドやそ の誘導体を含まない市販のシャンプーで洗浄し、お湯で ゆすいだ。この洗浄後の毛束に対して、実施例3~4用 のヘアリンスCおよび比較例3~4用のヘアリンスDを それぞれ2gずつ使用してヘアリンス処理した後、お湯 でゆすぎ、実施例3と比較例3の毛束は実施例1と同様 のヘアドライヤーで同じ条件下で加熱乾燥し、実施例4 と比較例4の毛束は同様のヘアドライヤーで冷風乾燥し た。このシャンプー洗浄、ヘアリンス処理、乾燥の工程 を5回繰り返した後、毛髪の艶、潤いを10人のパネラ ー(女性6人、男性4人)に実施例1と同じ評価基準で 評価させた。つぎに、各毛束より毛髪を14本ずつ抜き 取り、それらを毛髪のはりの評価試験に供してノットの 大きさを比較した。さらに、残りの毛束を水分保持能の 評価試験に供して恒湿槽に保管後の水分の減少率を調べ た。それらの結果を表4に示すが、水分保持能以外の評 価値はいずれも平均値である。

【0093】 【表4】 (15))02-138022 (P2002-1358

	実施例 3	実施例4	比較何3	比較何4
ヘアリンス	с	с	D	D
加熱処理	おり	なし	あり	なし
処理後の毛髪の				
98	3.0	2.0	0.4	0.6
判い	2.5	1.7	0.6	1.2
構造り性	3.0	2.0	0.5	0.5
毛妻のはり【ノッ				
トの大きさ(μm	697	581	451	458
))				
水分保持能〔毛束				
重量%减少率(%	3.018	3.865	4.249	4.141
))				

【0094】表4に示すように、シリル化加水分解小麦 タンパクーシラン化合物共重合組成物を含有するヘアリ ンスCを使用して加熱乾燥した実施例3や同じへアリン スCを使用して冷風乾燥した実施例4の毛髪は、シリル 化加水分解小麦タンパクーシラン化合物共重合組成物に 代えて加水分解小麦タンパクを含有するヘアリンスDを 使用して加熱乾燥した比較例3や同じへアリンスDを使 用して冷風乾燥した比較例4の毛髪に比べて、毛髪の 艶、潤い、櫛通り性のいずれにおいても評価値が高く、 シリル化加水分解小麦タンパクーシラン化合物共重合組 成物が毛髪に艶、潤い、櫛通り性を付与する作用が高 く、特に加熱処理するとその効果が一層発揮されること が明らかであった。これに対し、加水分解小麦タンパク を含有するヘアリンスDを使用した場合は、加熱乾燥し た比較例3と冷風乾燥した比較例4の間に評価値の差は ほとんどなかった。

【0095】また、毛髪のはりの評価結果を示すノット の大きさは、シリル化加水分解小麦タンパクーシラン化 合物共重合組成物を含有するヘアリンスCを使用後に加 熱乾燥した実施例3の毛髪が最も大きく、シリル化加水 分解小麦タンパクーシラン化合物共重合組成物に代えて 加水分解小麦タンパクを含有するヘアリンスDを使用後 に加熱乾燥した比較例3の約1.54倍、同じヘアリン スDを使用後に冷風乾燥した比較例4の約1.52倍あ り、シリル化加水分解小麦タンパクーシラン化合物共重 合組成物が毛髪にはりを付与する作用を有することが明 らかであった。また、実施例3のノットの大きさは、同 じヘアリンスCを使用後に冷風乾燥した実施例4のに比 べると約1.2倍であり、シリル化加水分解小麦タンパ クーシラン化合物共重合組成物を含有するヘアリンスを 使用して毛髪を加熱処理すると毛髪にはりを付与する作 用が向上することが明らかであった。一方、加水分解小 麦タンパクを含有するヘアリンスDを使用した場合は、 加熱乾燥した比較例3の毛髪のノットの大きさが冷風乾 燥した比較例4のノットの大きさより小さくなっている が、これは、比較例3ではヘアドライヤーによる熱によ り毛髪が損傷し、はりを失ったためと考えられる。

【0096】さらに、毛髪の水分保持能の評価結果を示 す毛束重量の減少率は、シリル化加水分解小麦タンパク -シラン化合物共重合組成物を含有するヘアリンスCを 使用して加熱乾燥した実施例3の毛束が最も小さく、同 ・じヘアリンスCを使用して冷風乾燥した実施例4より約 28%少なく、加水分解小麦タンパクを含有するヘアリ ンスDを使用して加熱処理した比較例3や同じへアリン スDを使用して冷風乾燥した比較例4より約27~29 %少なく、シリル化加水分解小麦タンパクーシラン化合 物共重合組成物を加熱処理して形成される被膜が、毛髪 内部からの水分の揮散を抑え、水分を保持する効果が強 いことが明らかであった。一方、加水分解小安タンパク を含有するヘアリンスDを使用した場合は、加熱乾燥し た比較例3の毛髪の方が冷風乾燥した比較例4の毛髪よ り毛束重量の減少率が大きいが、これは、比較例3では ヘアドライヤーによる熱により毛髪が損傷し、水分保持 能を失ったためと考えられる。

【0097】実施例5~6および比較例5~6 表5に示す組成の2種類の毛髪セット剤(EおよびF)

を調製し、それぞれの毛髪セット剤を洗浄した毛髪に使 用して、加熱処理した毛髪と加熱処理しない毛髪の艶、 潤い、はり、ウェーブ効率およびウェーブ保持率を調べ た。

【0098】実施例5~6では、シリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合組成物として、参考例3で製造したシ リル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重合組成物を 含有する毛髪セット剤Eを毛髪に使用し、実施例5では 毛髪を90℃で乾燥し、実施例6では毛髪を36℃で乾燥した。また、比較例5~6では、シリル化加水分解ケ ラチンーシラン化合物共重合組成物に代えて、その原料 であるシリル化加水分解ケラチンを含有する毛髪セット 剤Fを毛髪に使用し、比較例5では毛髪を90℃で乾燥 し、比較例6では毛髪を36℃で乾燥した。 【0099】

毛髪セット剤	E	F
参考例 S で製造したシリル化加水分解ケラチンー	50.0	-
シラン化合物共重合組成物(20%) シリル化加水分解ケラチン(成和化成社製、プロ	-	50.0
モイスWKードSIG(資品名))(20%) ポリオキシエチレン(15)ラウリルエーテル	0.5	0.5
エタノール(99%) ポリエチレングリコール(14)オレエート	5.0 1.0	5.0 1.0
加水分解大豆タンパク【成和化成社製、プロモイ スWS(商品名))(25%)	2.5	2.6
パラヒドロキシ安息香酸エステル・フェノキシエ タノール混合物(成和化成社製、セイセプトB(0.5	0.5
資品名)) エデト酸ニナトリウム	0.1	0.1
クエン酸	pH5.5 にする	pH5. 5 にする
減菌イオン交換水	射100と する	計100と する

【表5】

【0100】上記毛髪セット剤による毛髪の処理は下記 のように行った。すなわち、長さ15cmに揃えた毛髪 をあらかじめ2%ポリオキシエチレン(10EO)ノニ ルフェニルエーテル水溶液で洗浄し、水でゆすいで室温 で風乾し、これらの毛髪20本からなる毛束を4本作製 し、それらをそれぞれロッドに巻き付けた。そのロッド に巻き付けた毛束に、実施例5~6用の毛髪セット剤E および比較例5~6用の毛髪セット剤Fをそれぞれ2m 1ずつ塗布し、実施例5と比較例5の毛束は90℃の熱 風乾燥機中で乾燥し、実施例6と比較例6の毛束は36 ℃の恒温槽で乾燥した。乾燥後の毛髪をロッドよりはず

し、前記ウェーブ効率およびウェーブ保持率の測定法の 項に記載した方法でウェーブ効率およびウェーブ保持率 を求めた。つぎに、毛髪の艶、潤いを10人のパネラー (女性6人、男性4人)に実施例1と同じ評価基準で評 価させ、さらに、各毛束より毛髪を14本ずつ抜き取 り、それらを毛髪のはりの評価試験に供してノットの大 きさを比較した。それらの結果を表6に示すが、評価値 はいずれも平均値である。

[0101]

【表6】

(17))02-138022(P2002-1358)

	実業例 5	比較例 6	比較例 5	比較例 6
毛髪セット剤	E	E	P	F
加熱処理	あり	なし		なし
処理後の毛髪の				
1	3.0	2.0	. 1. 0	0.0
舞 い	2.5	1.8	1.5	0.2
ウェーブ効率(%)	68.5	81.9	63.1	52.2
ウェーブ保持 半(%)	51.8	47.2	45.2	33.9
毛髪のはり〔ノットの	778	683	704	510
大きさ (μm)]				

【0102】表6に示すように、シリル化加水分解ケラ チンーシラン化合物共重合組成物を含有する毛髪セット 剤Eを使用して90℃で加熱処理した実施例5および同 じ毛髪セット剤Eを使用して36℃で乾燥した実施例6 の毛髪は、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合物共 重合組成物に代えてシリル化加水分解ケラチンを含有す る毛髪セット剤Fを使用して90℃で加熱処理した比較 例5の毛髪や同じ毛髪セット剤Fを使用して36℃で乾 爆した比較例6の毛髪に比べて、毛髪の艶、潤いのいず れも評価値が高く、シリル化加水分解ケラチンーシラン 化合物共重合組成物が毛髪に艷、潤い、櫛通り性を付与 する作用が高く、特に加熱処理するとその効果が一層発 揮されることが明らかであった。また、シリル化加水分 解ケラチンを含有する毛髪セット剤Fを使用した場合

も、90℃で加熱処理(比較例5)すると36℃で乾燥 した時(比較例6)より毛髪への艶、潤いの付与作用が 向上するのが認められるが、実施例5に比べるとその評 価値は低かった。

【0103】また、シリル化加水分解ケラチンーシラン 化合物共重合組成物を含有する毛髪セット剤Eを使用し て90℃で加熱処理した実施例5の毛髪は、同じ毛髪セ ット剤Eを使用して加熱処理していない実施例6や、シ リル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重合組成物に 代えてシリル化加水分解ケラチンを含有する毛髪セット 剤Fを使用して90℃で加熱処理した比較例5の毛髪に 比べて、ウェーブ効率が5%以上、ウェーブ保持率は1 0%以上高く、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合 物共重合組成物は毛髪のウェーブ効率を高め、そのウェ ーブが長時間持続し、特に、加熱処理することで毛髪が 強力にセットされ、かつ、そのセット力が持続性を有す ることが明らかであった。

【0104】さらに、毛髪のはりの評価結果を示すノッ

トの大きさは、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合 物共重合組成物を含有する毛髪セット剤Eを使用して加 熱処理した実施例5の毛髪が最も大きく、シリル化加水 分解ケラチンーシラン化合物共重合組成物に代えてシリ ル化加水分解ケラチンを含有する毛髪セット剤Fを使用 して加熱処理した比較例5の約1,1倍あり、シリル化 加水分解ケラチンーシラン化合物共重合組成物を含有す る毛髪セット剤を使用して毛髪を加熱処理すると毛髪に はりを付与する作用が向上することが明らかであった。 また、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重合 組成物を含有する毛髪セット剤Eを使用して36℃で乾 燥した実施例6の毛髪は、シリル化加水分解ケラチンを 含有する毛髪セット剤Fを使用して36℃で乾燥した比 較例6の約1.3倍あり、シリル化加水分解ケラチン-シラン化合物共重合組成物が毛髪にはりを付与する効果 を有していることが明らかであった。

【0105】実施例7~8および比較例7~8 表7に示す2種類のパーマネントウェーブ用第1剤(G およびH)を調製し、それぞれのパーマネントウェーブ 用第1剤と、6%臭素酸ナトリウム水溶液からなるパー マネントウェーブ用第2剤を用いて毛束にパーマネント ウェーブ処理を施し、加熱処理した毛髪と加熱処理しな い毛髪の艶、潤い、ウェーブ効率、ウェーブ保持率およ び毛髪の水分保持能を調べた。

【0106】実施例7~8では、シリル化ペプチドーシ ラン化合物共重合組成物として、参考例4で製造したシ リル化加水分解シルクーシラン化合物共重合組成物を含 有するパーマネントウェーブ用第1剤Gを毛髪に使用 し、実施例7では毛髪を90℃で乾燥し、実施例8では 毛髪を36℃で乾燥した。また、比較例7~8では、シ リル化加水分解シルクーシラン化合物共重合組成物に代 えて、その原料であるシリル化加水分解シルクを含有す

(18))02-138022 (P2002-1358

るパーマネントウェーブ用第1剤Hを毛髪に使用し、比 較例7では毛髪を90℃で乾燥し、比較例8では毛髪を 36℃で乾燥した。

[0107] 【表7】

パーマネントウェーブ用第1角	G	H .
参考例4で製造したシリル化加水分解シルクー	7.5	_
シラン化合物共重合組成物(20%)	[
シリル化加水分解シルク【成和化成社製、プロ	-	7.5
モイスS-700SIG(貞品名))(20%		
) ·		
チオグリコール酸アンモニウム(50%)	12.0	12.0
塩化セチルトリメチルアンモニウム	1.0	1.0
モノエタノールアミン	1.8	1.8
ポリオキシエチレン(15)ラウリルエーテル	0.5	0.5
トリメチルアンモニオー2ーヒドロキシプロピ	1.0	1.0
ル加水分解コラーゲン〔成和化成社襲、プロモ		
イスW-52Q(商品名))		
エデト酸ニナトリウム	0.1	0.1
アンモニア水(25%)	1.6	1.6
者料	道皇	× ±
減菌イオン交換水	計100と	計100と
	する	1 8

【0108】上記パーマネントウエーブ用第1剤による 毛髪の処理は下記のように行った。すなわち、長さ15 cmに揃えた毛髪をあらかじめ2%ポリオキシエチレン (10EO) ノニルフェニルエーテル水溶液で洗浄し、 水でゆすいで室温で風乾し、これらの毛髪40本からな る毛束を4本作製し、それらをそれぞれロッドに巻き付 けた。そのロッドに巻き付けた毛束に、実施例7~8用 のパーマネントウェーブ用第1剤Gおよび比較例7~8 用のパーマネントウェーブ用第1剤Hをそれぞれ2ml ずつ塗布し、それらの毛束をラップで覆い、15分間放 置後、流水で静かに10秒間程度洗浄し、ついでパーマ ネントウェーブ用第2剤を2mlずつ塗布し、ラップで 覆い、15分間放置した後、流水中で30秒間静かに洗

浄した。洗浄後の毛束のうち、実施例7と比較例7の毛 束を90℃の熱風乾燥機中で乾燥し、実施例8と比較例 8の毛束を36℃の恒温槽で乾燥した。乾燥後の毛束を ロッドよりはずし、前記ウェーブ効率およびウェーブ保 持率の測定法の項に記載した方法でウェーブ効率および ウェーブ保持率を求めた。つぎに、毛髪の艶、潤いを1 0人のパネラー(女性6人、男性4人)に実施例1と同 じ評価基準で評価させた。さらに、各毛束を水分保持能 の評価試験に供して恒湿槽に保管後の水分の減少率を調 べた。それらの結果を表8に示すが、水分保持能以外の 評価値はいずれも平均値である。

[0109]【表8】

(19))02-138022 (P2002-1358

	実英例7	実英例 8	比較例 7	比較例目
パーマネントウェーブ 用第1 規	G	G	н	H
加熱処理	おり	なし	10 D	なし
処理後の毛髪の		· ·	• .	
第	3.D	1.6	1.4	0.0
- 89 - 10	2.4	1.8	1.8	0.2
ウェーブ効率(%)	85.5	77.5	B1.6	70.6
ウェーブ保持率(%)	84.2	79.7	79.8	68.2
水分保持能〔毛東重量	3.203	4.054	3.446	4.674
の減少率(%))				· ·

【0110】表8に示すように、シリル化加水分解シル クーシラン化合物共重合組成物を含有するパーマネント ウェーブ用第1剤Gを使用して90℃で加熱処理した実 施例7の毛髪や同じパーマネントウェーブ用第1剤Gを 使用して36℃で乾燥した実施例8の毛髪は、シリル化 加水分解シルクーシラン化合物共重合組成物に代えてそ の原料であるシリル化加水分解シルクを含有するパーマ ネントウェーブ用第1剤Hを使用して90℃で加熱処理 した比較例7や同じパーマネントウェーブ用第1剤Hを 使用して36℃で乾燥した比較例8の毛髪に比べて、毛 髪の艶、潤いのいずれも評価値が高く、シリル化加水分 解シルクーシラン化合物共重合組成物を含有するパーマ ネントウェーブ用第1剤が毛髪に艷や潤いを付与する効 果が高く、その効果は加熱処理によって高められること が明らかであった。また、シリル化加水分解シルクーシ ラン化合物共重合組成物の原料であるシリル化加水分解 シルクを含有するパーマネントウェーブ用第1剤Hも、 90℃で加熱処理すると毛髪への艶、潤いの付与作用が 向上するが(比較例7)、その効果は実施例7に比べる と評価値が低かった。

【0111】また、シリル化加水分解シルクーシラン化 合物共重合組成物を含有するパーマネントウェーブ用第 1剤Gを使用して90℃で加熱処理した実施例7の毛髪 は、シリル化加水分解シルクーシラン化合物共重合組成 物に代えてシリル化加水分解シルクを含有するパーマネ ントウェーブ用第1剤Hを使用して90℃で加熱処理し た比較例7の毛髪に比べて、ウェーブ効率が約5%高 く、かつウェーブ保持率も高いことから、シリル化加水 分解シルクーシラン化合物共重合組成物を含有するパー マネントウェーブ用第1剤を使用して加熱処理すると毛 髪に強いウェーブがかかり、かつ、そのウェーブの持続 性がよいことが明らかであった。また、シリル化加水分 解シルクーシラン化合物共重合組成物を含有するパーマ ネントウェーブ用第1剤Gを使用して36℃で加熱処理 した実施例8の毛髪も、シリル化加水分解シルクを含有 するパーマネントウェーブ用第1剤Hを使用して36℃ で加熱処理した比較例8の毛髪に比べると、ウェーブ効 率が約9%高く、特にウェーブ保持率は約17%も高 く、シリル化加水分解シルクーシラン化合物共重合組成 物を含有するパーマネントウェーブ用第1剤を使用する と毛髪に強いウェーブがかかり、かつ、そのウェーブの 持続性がよいことが明らかであった。

【0112】さらに、毛髪の水分保持能の評価結果を示 す毛束重量の減少率は、シリル化加水分解シルクーシラ ン化合物共重合組成物を含有するパーマネントウェーブ 用第1剤Gを使用して加熱処理した実施例7の毛束が最 も小さく、シリル化加水分解シルクを含有するパーマネ ントウェーブ用第1剤Hを使用して90℃で加熱処理し た比較例7の毛髪の減少率の約93%であり、シリル化 加水分解シルクーシラン化合物共重合組成物を加熱処理 することによって形成される被膜が、毛髪内部からの水 分の揮散を抑え、水分を保持する効果を有することが明 らかであった。

【0113】実施例9~10および比較例9~10 表9に示す組成の2種類のシャンプー(IおよびJ)を 調製し、それぞれのシャンプーを用いて毛髪を洗浄後、 毛髪を熱風乾燥した場合と冷風乾燥した場合の毛髪の 艶、潤い、梅通り性、はりおよび毛髪表面のなめらかさ を調べた。

【0114】実施例9~10では、シリル化ペプチドー

(20))02-138022 (P2002-1358

シラン化合物共重合組成物として、参考例1で製造した シリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共重合組成 物を含有するシャンプー I で毛髪を洗浄し、実施例9で は毛髪を加熱乾燥し、実施例10では毛髪を冷風乾燥し た.また、比較例9~10ではシリル化加水分解コラー ゲン-シラン化合物共重合組成物に代えて、加水分解コ

ラーゲンを含有するシャンプー」で毛髪を洗浄し、比較 例9では毛髪を加熱乾燥し、比較例10では毛髪を冷風 乾燥した。 [0115]

【表9】

シャンプー	I	J
参考例1で製造したシリル化加水分解コラーゲ	8.0	-
ンーシラン化合物共重合組成物(10%) 加水分解コラーゲン(成和化成社製、プロモイ		2.7
スW-52(商品名))(30%) ヤシ油脂肪酸加水分解コラーゲンカリウム(成	50.0	50.0
和化成社製、プロモイスBCP(自品名))(30%)		
ヤシ油動動酸ジェタノールアミド	9.5	3.5
ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド(成 和化成社製、アミンアミド50E(自品名))	1.5	1.5
パラオキシ安息器酸エステル・フェノキシェタ ノール混合物(成和化成社製、セイセプトH (0.5	0.5
南品名))	-	
減菌イオン交換水	演 量 計100と	画 査 計100と
· · ·	する	する

【0116】上記シャンプーによる毛髪の処理は下記の ように行った。すなわち、長さ15cmで重さ1gの毛 束を4本用意し、実施例9~10用のシャンプー I およ び比較例9~10用のシャンプーJをそれぞれ0.5g ずつ用いて上記毛束を洗浄し、お湯でゆすぎ、、実施例9 と比較例9の毛束は実施例1と同じヘアドライヤーで同 じ条件下で加熱乾燥し、実施例10と比較例10の毛束 は同じヘアドライヤーで冷風乾燥した。このシャンプー 洗浄、乾燥の工程を10回繰り返した後、毛髪の艶、潤

い、櫛通り性を10人のパネラー(女性6人、男性4 人)に実施例1と同様の評価基準で評価させた。つぎ に、各毛束を毛髪表面のなめらかさの評価試験に供して 滑り性を調べた。さらに、各毛束より毛髪を14本ずつ 抜き取り、それらの毛髪をはりの評価試験に供してノッ・ トの大きさを比較した。それらの結果を表10に示す が、評価値はいずれも平均値である。 [0117]

【表10】

(21))02-138022 (P2002-1358

•	実监例 9	実施例10	比較例9	比較例10
シャンプー	I	I	J	J
加熱処理	おり	ta:∟	あり	なし
処理後の毛髪の				
\$ 5	3.0	2.0	0.0	1.0
洞い	2.8	1.8	0.2	1.2
構通り性	3.0	2.0	0.0	1.0
毛裳表面の	0.323	0.348	0.362	0.358
なめらかさ			• .	
毛髪のはり〔ノッ				
トの大きさ(μm	688	608	506	625
))				

【0118】表10に示すように、シリル化加水分解コ ラーゲンーシラン化合物共重合組成物を含有するシャン プーIで洗浄後に加熱乾燥した実施例9の毛髪や同じシ ャンプー I で洗浄後に冷風乾燥した実施例10の毛髪 は、シリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共重合 組成物に代えて加水分解コラーゲンを含有するシャンプ ーJで洗浄後に加熱乾燥した比較例9の毛髪や同じシャ ンプー」で洗浄後に冷風乾燥した比較例10の毛髪に比 べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性のいずれも評価値が高 く、シリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共重合 組成物が毛髪に艶、潤い、櫛通り性を付与し、特に加熱 処理することによって、その効果が高められることが明 らかであった。一方、加水分解コラーゲンを含有するシ ャンプーJで洗浄した場合、加熱乾燥した比較例9の手 髪は、同じシャンプーを使用して冷風乾燥した比較例1 0の毛髪より評価値が低く、これは、比較例9ではヘア ドライヤーで加熱乾燥することによって毛髪が損傷した ためと考えられる。

【0119】また、毛髪表面のなめらかさは、シリル化 加水分解コラーゲンーシラン化合物共重合組成物を含有 するシャンプーIで洗浄後に加熱乾燥した実施例9の毛 髪は、シリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共重 合組成物に代えて加水分解コラーゲンを含有するシャン プーJで洗浄後に加熱乾燥した比較例9や同じシャンプ ーJで洗浄後に冷風乾燥した比較例9の毛髪に比べて 約10%滑り性が向上していた。また、実施例9の毛髪 は、同じシリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共 重合組成物を含有するシャンプーIで洗浄後に冷風乾燥 した実施例10の毛髪に比べて約7%滑り性が向上して いて、シリル化加水分解コラーゲンーシラン化合物共重 合相成物は毛髪に滑らかを付与し、特に加熱処理すると 滑らかさが一層顕著になることが明らかであった。

【0120】さらに、毛髪のはりの評価結果を示すノッ トの大きさは、シリル化加水分解コラーゲンーシラン化 合物共重合組成物を含有するシャンプーⅠで洗浄後に加 熱乾燥した実施例9の毛髪が最も大きく、シリル化加水 分解コラーゲンーシラン化合物共重合組成物に代えて加 水分解コラーゲンを含有するシャンプー」で洗浄後に加 熱乾燥した比較例9の毛髪や同じシャンプー」で洗浄後 に冷風乾燥した比較例10の毛髪の約1.36~1.3 0倍あった。また、シリル化加水分解コラーゲンーシラ ン化合物共重合組成物を含有するシャンプーIで洗浄後 に冷風乾燥した実施例10の毛髪のノットの大きさも、 比較例9~10の毛髪のノットの大きさに比べると約 1.20~1.15倍あり、シリル化加水分解コラーゲ ンーシラン化合物共重合組成物は毛髪にはりを付与する 作用を有し、その効果は加熱処理することで向上するこ とが明らかであった。一方、加水分解コラーゲンを含有 するシャンプーJで洗浄した場合は、加熱乾燥した比較 例9の毛髪のノットの大きさが冷風乾燥した比較例10 のノットの大きさより小さくなっているが、これは、比 較例9ではヘアドライヤーによる熱により毛髪が損傷 し、はりを失ったためと考えられる。

【0121】実施例11~12および比較例11~12 表11に示す組成の2種類の酸化型染毛剤第1剤(Kお よびL)を調製し、それぞれの酸化型染毛剤第1剤と下 記に示す酸化染毛剤第2剤と混合し、毛髪を染毛後、加 熟処理した場合と冷風で乾燥した場合の毛髪の艶、潤 い、櫛通り性および毛髪表面のなめらかさを調べた。 【0122】実施例11~12では、シリル化ペプチド ーシラン化合物共重合組成物として、参考例3で製造し たシリル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重合組成 物を含有する酸化型染毛剤Kを用いて染毛し、実施例1 1では毛髪を加熱処理し、実施例12では毛髪を冷風乾 燥した。また、比較例9~10ではシリル化加水分解ケ

ラチンーシラン化合物共重合組成物に代えて、加水分解 ケラチンを含有する酸化型染毛剤しを用いて染毛し、比 較例11では毛髪を加熱処理し、比較例12では毛髪を 冷風乾燥した。 【0123】

【表11】

酸化型染毛溶第1 蔣	. к	L
参考例3で製造したシリル化加水分解ケラチン	12.5	-
ーシラン化合物共豊合組成物(20%) 加水分解ケラチン(成和化成社製、プロモイス	_	10.0
₩К~Н (商品名)) (25%)		
Pーフェニレンジアミン	0.8	0.8
ワーアミノフェノール	0.2	0.2
ローアミノフェノール	1.0	1.0
レソルシン	1.6	1.6
イソプロパノール プロピレングリコール	9.0	9.0
アドビアングリュール オレイン酸	5.6	5.5
アンモニア水 (28%)	10.0	10.0
亜硫酸ナトリウム	0.1	0.1
オレイルアルコール	10.0	10.0
エデト酸二ナトリウム	0.4	0.4
ピスー2ーヒドロキシエチルソルピタンアミン	9.4	9.4
ヒドロキシエチルステアリルアミド	6.0	8.0
新製水	計100と	計100寸
	する	\$

【0124】酸化型染毛剤第2剤は、酸化型染毛剤第1 剤Kおよびしに共通で、表12に示すとおりである。

【0125】 【表12】

酸化型染毛刺第2剂	
ステアリン酸	1.0
モノステアリン酸グリセリン	1.5
ポリオキシエチレンオレイルエーテル	1.0
過酸化水素水(35%)	15.0
勅製水	計100とする
	1

【0126】上記酸化型染毛剤による毛髪の処理は下記 のように行った。すなわち、長さ15cmで重さ1gの 毛束を4本用意し、それらの毛束を2%ポリオキシエチ レン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗 浄し、水道水の流水中でゆすいだ後、風乾した。これら の毛束に、実施例11~12用の酸化型染毛剤第1剤K と上記第2剤を同量ずつ混合した酸化型染毛剤および比 較例11~12用の酸化型染毛剤第1剤Lと上記第2剤 を同量ずつ混合した酸化型染毛剤をそれぞれ2gずつを 均一に塗布した後、30分間放置し、お湯でゆすぎ、つ いで2%ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル硫 酸ナトリウム水溶液で洗浄し、さらに水道水の流水中で ゆすいだ。その後、実施例11および比較例11の毛束 はヘアーアイロン(八光工業(株)製、Wust Fl at Iron(商品名))を用いて設定温度150℃ で加熱した。加熱は毛髪に加熱による損傷を起こさせな いように、20秒間隔で5秒間の加熱を5回繰り返し た。一方、実施例12および比較例12の毛束は、40 ℃の恒温槽で乾燥した。乾燥後、これらの毛束の艶、潤

いおよび櫛通り性を10人のパネラー(女性7人、男性 3人)に実施例1と同様の評価基準で評価させた。さら に、官能評価後の毛束を毛髪表面のなめらかさの評価試 験に供して滑り性を調べた。それらの結果を表13に平 均値で示す。

			r	
	実施例11	実施例12	比較例11	比較例12
酸化型染毛剂	ĸ	к	L	L
加熱処理	あり	なし	あり	なし
処理後の毛髪の				
艶	3.0	2.0	0.4	0.6
調い	2.6	2.4	0.0	1.0
構通り性	3.0	2.0	0.3	0.7
毛髪表面の	0.348	0.362	0.385	0.373
なめらかさ				

[0127]

【表13】

【0128】表13に示すように、シリル化加水分解ケ ラチンーシラン化合物共重合組成物を含有する酸化型染 毛剤Kで染毛後に加熱処理した実施例11の毛髪や同じ 酸化型染毛剤Kで染毛後に冷風乾燥した実施例12の毛 髪は、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重合 組成物に代えて加水分解ケラチンを含有する酸化型染毛 剤Lで染毛後に加熱処理した比較例11の毛髪や同じ酸 化型染毛剤Lで染毛後に冷風乾燥した比較例12の毛髪 に比べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性のいずれも評価値 が高く、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重 合組成物が毛髪に艶、潤い、櫛通り性を付与し、特に加 熱処理することによって、その効果が高められることが 明らかであった、

【0129】また、毛髪表面のなめらかさは、シリル化 加水分解ケラチンーシラン化合物共重合組成物を含有す る酸化型染毛剤Kで染毛後に加熱乾燥した実施例11の 毛髪は、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合物共重 合組成物に代えて加水分解ケラチンーシラン化合物共重 合組成物に代えて加水分解ケラチンを含有する酸化型染 毛剤しで染毛後に加熱処理した比較例11や同じ酸化型 染毛剤して染毛後に冷風乾燥した比較例12の毛髪に比 べて約9~7%滑り性が向上していた。また、実施例1 1の毛髪は、同じシリル化加水分解ケラチンーシラン化 合物共重合組成物を含有する酸化型染毛剤Kで染毛後に 冷風乾燥した実施例12の毛髪に比べて約4%滑り性が 向上していて、シリル化加水分解ケラチンーシラン化合 物共重合組成物は毛髪に滑らかを付与し、特に加熱処理 すると滑らかさが一層顕著になることが明らかであっ た。一方、加水分解ケラチンを含有する酸化型染毛剤し で染毛後に加熱処理した比較例11の毛髪は同じ酸化型 染毛剤しで染毛後に冷風乾燥した比較例12の毛髪より 毛髪表面のなめらかさを示す数値は大きいが(よりざら ついている)、これは比較例11の毛髪は加熱乾燥によ って損傷を受け、毛髪表面のなめらかさを失ったためと 考えられる。

【0130】実施例13~14および比較例13~14 表14に示す組成の2種類の酸性染毛料(MおよびN) を調製し、それぞれの酸性染毛料で毛髪を染毛後、毛髪 を加熱乾燥した場合と冷風乾燥した場合の毛髪の艶、潤 い、横通り性およびはりを評価した。

【0131】実施例13~14では、シリル化ペアチド -シラン化合物共重合組成物として、参考例4で製造し たシリル化加水分解シルク-シラン化合物共重合組成物 を含有する酸性染毛料Mを用いて毛髪を染毛し、実施例 13では毛髪を加熱処理し、実施例14では毛髪を冷風 乾燥した。また、比較例13~14ではシリル化加水分 解シルク-シラン化合物共重合組成物に代えて、その原 料であるシリル化加水分解シルクを含有する酸性染毛料 Nを用いて毛髪を染毛し、比較例13では毛髪を加熱処 理し、比較例14では毛髪を冷風乾燥した。

[0132]

【表14】

(24))02-138022 (P2002-1358

酸性染毛料	м	
参考例 4 で製造したシリル化加水分解シルクー	40.0	-
シラン化合物共動合組成物(20%)		
シリル化加水分解シルク〔成和化成社製、プロ	-	40.0
モイスS-700SIG(肖品名))(20%	•	· ·
)		
黑色4-01号	0.8	0.8
Nーメチルピロリドン	15.0	15.0
ペンジルアルコール	10.0	10.0
クエン酸	1.5	1.5
ヒドロキシエチルセルロース	0.5	0.5
トリメチルアンモニオー2ーヒドロキシプロピ	1.0	1.0
ル加水分解ケラチン(成和化成社製、プロモイ		
スWK-HQ(商品名))(25%)		
幕製水	計100と	\$ 1 100と
· .	する	する

(0133)上記酸性染毛料による毛髪の処理は下記の ように行った。すなわち、長さ15 cmで重さ1 gの毛 束を4本用意し、それらの毛束を2%ポリオキシエチレ ン(3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄 し、水道水の流水中でゆすいだ後、脱色度および損傷度 を均一にするため、5%の過酸化水素水を含む5%アン モニア水溶液に毛束を5分間浸漬してブリーチ処理を行 い、水洗後、風乾して染毛処理試験に供した。染毛処理 は、上記の実施例13~14用の酸性染毛料Mおよび比 較例13~14用の酸性染毛料Nをそれぞれ2gずつを 上記の毛束に塗布し、15分放置後、市販のシャンプー で洗浄し、さらに40℃以下の温水でゆすいだ後、実施 例13と比較例13の毛束は実施例1と同条件でヘアド ライヤーで乾燥し、実施例14と比較例14の毛束はヘ アドライヤーで冷風乾燥した。乾燥後、毛髪の艶、潤い および櫛通り性を10人のパネラー(女性7人、男性3 人)に実施例1と同じ評価基準で評価させ、さらに各毛 束より14本の毛髪を抜き取り毛髪のはりの評価試験に 供した。それらの結果を表15に平均値で示す。 【0134】 【表15】

· ·	実施例13	実施例14	比較例13	比較例14
腹性染毛科	, M	м	N	N
加熱処理	あり	なし		なし
処理後の毛髪の	·			
発	2.8	1.8	1.4	0.0
約 い	2.6	1.8	1.4	0.2
櫛造り性	3.0	1.7	1.3	0.0
毛髪のはり【ノッ				
トの大きさ(µm	688	543	625	485
)]				

【0135】表15に示すように、シリル化加水分解シ

ルクーシラン化合物共重合組成物を含有する酸性染毛料



Mで染毛後に加熱処理した実施例13の毛髪や同じ酸性 染毛料Mで染毛後に冷風乾燥した実施例14の毛髪は、 シリル化加水分解シルクーシラン化合物共重合組成物に 代えてその原料であるシリル化加水分解シルクを含有す る酸性染毛料Nで染毛後に加熱処理した比較例13の毛 髪や同じ酸性染毛料Nで染毛後に冷風乾燥した比較例1 4の毛髪に比べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性のいずれ も評価値が高く、シリル化加水分解シルクーシラン化合 物共重合組成物が毛髪に艶、潤い、横通り性を付与し、 特に加熱処理することによって、その効果が高められる ことが明らかであった。

【0136】また、毛髪のはりの評価結果を示すノット の大きさは、シリル化加水分解シルクーシラン化合物共 重合組成物を含有する酸性染毛料Mで染毛後に加熱乾燥 した実施例13の毛髪が最も大きく、シリル化加水分解 シルクーシラン化合物共重合組成物に代えてシリル化加 水分解シルクを含有する酸性染毛料Nで染毛後に加熱乾 燥した比較例13の毛髪の1.10倍、同じ酸性染毛料

【図1】

ノットの種

Nで染毛後に冷風乾燥した比較例14の毛髪の約1.4 2倍あった。また、シリル化加水分解シルクーシラン化 合物共重合組成物を含有する酸性染毛料Mで染毛後に冷 風乾燥した実施例14の毛髪のノットの大きさは、シリ ル化加水分解シルクを含有する酸性染毛料Nで染毛後に 加熱乾燥した比較例13の毛髪のノットの大きさより小 さいが、酸性染毛料Nで染毛後に冷風乾燥した比較例1 4の毛髪に比べると約1.12倍あり、シリル化加水分 解シルクーシラン化合物共重合組成物は毛髪にはりを付 与する作用を有し、その効果は加熱処理することで向上 することが明らかであった。

[0137]

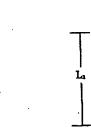
【図面の簡単な説明】

【図1】毛髪のはりの評価を行う際の毛髪のノット(結

び目)を模式的に示す図である。

【図2】ウェーブ効率やウェーブ保持率の測定を行う際 の毛髪のウェーブの状態を模式的に示す図である。

【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7 A 6 1 K 7/13	識別記号
Fターム(参考) 40083	AB082 AB352 AC022 AC072 AC092 AC102 AC122 AC152 AC182 AC242 AC302 AC352 AC392 AC472 AC482 AC522 AC542 AC552 AC642 AC692 AC772 AC792 AC852 AD092 AD152 AD202 AD282 AD411
	CC33 CC34 CC36 CC38 CC39 DD06 DD23 DD31 EE06 EE07 EE11

FΙ A61K 7/13

テーアコート(参考)